

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 61-213330

(43)Date of publication of application : 22.09.1986

(51)Int.Cl.

C22C 1/09  
F16B 35/00

(21)Application number : 60-054064

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 18.03.1985

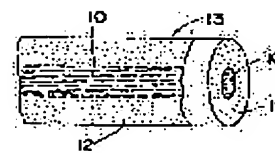
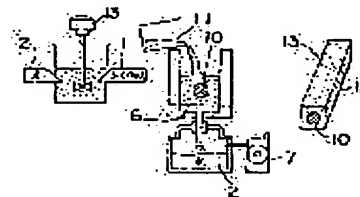
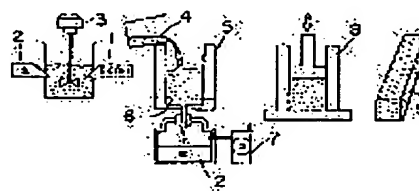
(72)Inventor : KIRYU KOJI

## (54) BAR-SHAPED BODY HAVING HIGH-TEMPERATURE RESISTANT STRENGTH AND ITS PRODUCTION

## (57)Abstract:

PURPOSE: To obtain a bar-shaped body consisting of a composite material having high strength, high elasticity and excellent high-temp. strength by molding a preform of whiskers in a two-step liquid mixing stage then pouring a molten light metal onto the same.

CONSTITUTION: The whiskers 1 consisting of SiC, etc., are incorporated into water 2, etc., and are stirred. A suspension 4 prep. in such a manner is poured into a mold 5 and is sucked through a filter medium 6. The whiskers 1 in the wet state are pressurized 8 to increase the volumetric rate of the whiskers. Numerous cracks are generated by spring back in the taken out preform 9. Water is again added to the preform 9 and is mixed by stirring. A fiber preform 10 is disposed in the central part of the mold and the suspension 11 of the whiskers is admitted to the outside thereof and is sucked by a vacuum. A square columnar preform 13 disposed with the fiber preform 10 in the longitudinal direction and disposed with the whisker preform 12 in the outside peripheral part is thus obtd. Such bar-shaped body is applicable for production of parts in a high-energy field.



⑨ 日本国特許庁(J P)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-213330

⑤ Int. Cl. <sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 昭和61年(1986)9月22日

C 22 C 1/09  
F 16 B 35/00

7518-4K  
7526-3J

審査請求 未請求 発明の数 2 (全7頁)

⑭ 発明の名称 耐高温強度棒状体およびその製造方法

⑯ 特 願 昭60-54064

⑰ 出 願 昭60(1985)3月18日

⑱ 発 明 者 桐 生 恒 治 横浜市鶴見区末広町2丁目4 株式会社東芝京浜事業所内  
⑲ 出 願 人 株 式 会 社 東 芝 川崎市幸区堀川町72番地  
⑳ 代 理 人 弁理士 波多野 久 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

耐高温強度棒状体およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

1. 引張り、剪断等の荷重が高温状態で作用する部分に使用される耐高温強度棒状体において、耐熱性を有する軽金属材料を主体とし、その軸心部に軸心方向に沿う耐熱性繊維束を配設したことを特徴とする耐高温強度棒状体。

2. 棒状体主体部は軽金属マトリックス中にウイスカを混入した金属基複合材料からなり、耐熱性繊維束は耐熱無機繊維からなる特許請求の範囲第1項記載の耐高温強度棒状体。

3. 軽金属マトリックスが、Al系、Mg系、Ti系のいずれかである特許請求の範囲第2項記載の耐高温強度棒状体。

4. 耐熱無機繊維が、 $Al_2O_3$ 系、SiC系、C系、B系、Si-Ti-C系のいずれか1種以

上である特許請求の範囲第2項記載の耐高温強度棒状体。

5. ウイスカが、SiC系、または $Al_2O_3$ 系のいずれか1種以上である特許請求の範囲第2項記載の耐高温強度棒状体。

6. 軽金属マトリックス中に体積率30~70%の範囲で耐熱無機繊維が混入されている特許請求の範囲第2項記載の耐高温強度棒状体。

7. 軽金属マトリックス中に体積率10~40%の範囲でウイスカが混入されている特許請求の範囲第2項記載の耐高温強度棒状体。

8. 棒状体主体部は外周部に転造または切削加工によりねじ山を形成され、これによりボルトとされている特許請求の範囲第1項記載の耐高温強度棒状体。

9. ボルトの素形材径(D)に対し、その軸心部に配設した繊維束径(d)の割合を $0.2 < d/D < 0.8$ とした特許請求の範囲第8項記載の耐高温強度棒状体。

10. ウイスカの分散液を混合・攪拌する第1

の工程と、第1の工程で得られた懸濁液を注型後脱液し、次いで加圧して第1のプリフォームを成形する第2の工程と、第1のプリフォームを分散液中で混合・攪拌する第3の工程と、第3の工程で得られた懸濁液を注型後脱液して第2のプリフォームを成形する第4の工程からなるプリフォーム成形工程とを有し、上記工程において得られたプリフォームの中心部に繊維束を配置し、そのプリフォームに軽金属溶湯を注湯することを特徴とする耐高温強度棒状体の製造方法。

11. 第4の工程において、繊維束を型の中心部に配置し、その状態下で懸濁液注型を行なう特許請求の範囲第10項記載の耐高温強度棒状体の製造方法。

### 3. 発明の詳細な説明

#### (発明の技術分野)

本発明はボルトその他の機械的結合手段等に適用される高比強度および高比弾性を備えた耐高温強度棒状体およびその製造方法に関する。

るが、弾性率の向上がほとんどないことが欠点である。また高力Al合金を形成する添加元素としてのCu, Mn, Zn等は放射化が大きく不適元素である。さらに、これらの分野では超高真空を達するため、130~200℃程度に加熱するベーキング処理を必要とするが、Al系材料を単体で用いた場合には100℃以上の高温下においては急激に強度低下する欠点があった。

ところで、従来、軽量強化材として、軽金属マトリックス中にウイスカを混入した金属基複合材料が知られている。このようなウイスカ混入の複合材料は高温耐熱強度を有することから、この材料によりボルト等の耐強度棒状体を構成することが考えられる。しかし、高引張り、剪断力等を受けるボルト等に単なる複合材料をそのままの形態で適用した場合には、強度上の信頼性が必ずしも完全ではなく、例えば亀裂等が生じると、その成長の抑制が困難である等の問題がある。

また、従来、このような金属基複合材料の成形に際しては、ウイスカを有機溶剤で固めたプリフ

#### (発明の技術的背景とその問題点)

構造物を機械的に接合する手段として、例えばボルト結合が一般的に用いられているが、これらは高強度を目的としているため従来は鉄系材料で構成されるものがほとんどであった。ところが、最近では特殊な目的のためにFe系材料以外のボルトの必要性も生じている。例えば宇宙機器、航空機、自動車、ロボットなどの分野では軽量化が最優先するが、高強度と共に高弾性を兼ね備えることが強く求められている。また原子力、核融合および高エネルギー物理等の分野で用いるボルト等の場合、Fe系材料製のものでは誘導放射化により放射能が低減するまで長期間を必要とし、人体への影響が懸念されるため、半減期の短い軽元素金属、特にAl系材料での設計製作がなされるようになってきている。Al系材料はFe系材料に比べ重量を約1/3、半減期を約1/10に減少することが可能である。Al系材料の中でもジュラルミンと総称される高力Al合金においては、Fe系材料に近い強度特性を得ることが可能であ

フォームを作り、これを成形型内に収納して軽金属溶湯を注湯する方法が一般に採用されている。

この場合、ウイスカのマトリックス金属中への含有体積率を増大させ、製品の強度を高める手段として、プリフォーム成形時に加圧による濃縮化を図ることが行なわれている。しかし、加圧力除去後に、内部圧力によって膨張したり、プリフォーム外表面にひび割れ等を生じ、好ましい成形が行なえなくなる問題がある。

#### (発明の目的)

本発明はこのような事情に鑑みてなされたもので、高強度と高弾性を有するとともに高温強度を有し、半減期を短くできる耐高温強度棒状体と、その棒状体をウイスカ複合材料で構成する場合に高ウイスカ体積率のプリフォームを良好な形状で得ることができる製造方法を提供することを目的とする。

#### (発明の概要)

本発明の耐高温強度棒状体は、引張り、剪断等の荷重が高温状態下で作用する部分に使用される

耐高温強度棒状体において、耐熱性を有する軽金属材料を主体とし、その軸心部に軸心方向に沿う耐熱性長繊維束を配設したことを特徴としている。望ましくは、棒状主体部分を軽金属マトリックス中にウイスカを混入したものとし、耐熱性長繊維束は耐熱無機物からなるものとする。

また、本発明の耐高温強度棒状体の製造方法はウイスカの分散液を混合・攪拌する第1の工程と、第1の工程で得られた懸濁液を注型後脱液し、次いで加圧して第1のプリフォームを成形する第2の工程と、第1のプリフォームを分散液中で混合・攪拌する第3の工程と、第3の工程で得られた懸濁液を注型後脱液して第2のプリフォームを成形する第4の工程とからなるプリフォーム成形工程を有し、上記工程において得られたプリフォームの中心部に繊維束を配置して、そのプリフォームに軽金属溶湯を注湯することを特徴とする。

本発明において、マトリックスを構成する軽金属としては、Al系、Mg系、Ti系のものを適用する。また耐熱性長繊維束を構成する耐熱無機

物およびウイスカとしては、 $Al_2O_3$ 系、SiC系、C系、B系、Si-Ti-C系等を挙げることができる。これらの耐熱無機物からなる繊維束およびウイスカは比較的密度が小さく、したがってこれらを軽金属マトリックス中に混入すると軽量複合材料が得られる。

本発明に係る耐高温強度棒状体、例えばボルトは、その円周方向中心部の長手方向に沿って前述した耐熱性長繊維束が軽金属マトリックス中に混入され、その外周部分は、例えば軽金属マトリックス中にウイスカを混入した構造となっている。このように、繊維およびウイスカを軽金属マトリックス中に混入した金属基複合材料に与えることによって、高比強度と高弾性を有するボルトが構成できる。また、ボルトの外周部は軽金属マトリックス中にウイスカが混入した構造であるため、転造、切削等によるボルトの成形加工が容易となる。

次にボルトの円周方向中央部の長手方向に沿って配置される繊維束については、ボルト成形前の

糸形材の径(D)に対して、中央部の繊維束径を(d)とした場合、 $0.2 < d/D < 0.8$ とすることが望ましい。 $d/D$ が0.2よりも小さいと、糸形材製造時に繊維を糸形材の円周方向中央部の長手方向に沿って直線的に配置させることが技術的に困難である。一方、 $d/D$ が0.8よりも大きいと、繊維がネジ加工部にも配置されるようになるため、ネジ加工法が切削加工の場合、繊維を切断するためボルトの強度低下を生じ、また、ネジ加工法が転造加工の場合には繊維が破損して、ネジ加工が困難となる。

本発明に係る耐高温強度棒状体の製造方法では、ウイスカのプリフォーム成形を行なう。このプリフォーム成形は、有機系バインダーによるプリフォーム成形であるが、約500～800℃程度の高温加圧成形となるため、有機系バインダーは約200～300℃程度で飛散する。このため30%以下の繊維では局部的な片寄りを生じ、体積率のバラツキが大きな問題となる。また繊維では体積率が増すと機械的強度も比例して向上するが、

体積率70%以上ではマトリックス金属が繊維の周辺まで完全に廻り込めず、欠陥の多い材料となる。したがって、ボルト糸形材中の円周中央部に長手方向に直線的かつ均一的に繊維を配向させるためには繊維束内の適正な体積率としては30～70%の範囲が好適である。

一方、ウイスカはそれ自体粉状であり、所定の形状とするためには水あるいは有機溶剤中に浸漬してからプリフォーム成形を行なう。ウイスカのプリフォームを成形する場合、ウイスカ体積率は10～40%の範囲とすることが望ましい。水または有機溶剤中にウイスカを分散した液を乾燥したときのウイスカ体積率が10%程度あり、またウイスカ体積率が40%を超えると、ウイスカにより複合材料の強化に対する効果が小さく、また伸びが急激に低下する。

さらに、本発明による耐高温強度棒状体の製造方法では、ウイスカのプリフォーム成形に際し、二段階液混合工程を施す。即ち、第1の工程でウイスカの分散液を混合、攪拌および脱液した後、

加圧してウイスカの体積率を高めた第1のプリフォーム成形を行ない、これを乾燥した後、再度懸濁液にして、脱液、乾燥して第2のプリフォーム成形を行なう。これにより、第1のプリフォームの乾燥時に内部圧力によりひび割れ等が生じても、再度の液混合および非加圧乾燥により、ひび割れ等を消去することができる。

#### (発明の実施例)

第1図(A)～(G)は本発明に係る耐高温強度棒状体、例えばボルトの製造方法の各工程順に示す工程である。例えば、SiCからなるウイスカ1を水2(または有機溶剤)中に混入し、攪拌器3により攪拌する(A)。次いで、このウイスカ1が混入した懸濁液4を筒状の型5内に流入させ、濾紙等の濾過材6を介して吸引器7により水2を吸引する(B)。この状態では、プリフォームのウイスカ体積率は約10%である。次いで、懸濁状態のSiCウイスカ1を加圧機8で加圧する(C)。これにより、プリフォームのウイスカ体積率は約30%まで高まる。加圧成形後、ウイス

カのプリフォーム9を取り出す(D)。このプリフォームはSiCウイスカ1のスプリングバックにより無数の割れが発生する。割れの発生したプリフォームに再度水2(または有機溶剤)を加え、攪拌器3により混合攪拌する(E)。次いで筒状の型5の中心部に繊維のプリフォーム10を配置させ、この繊維プリフォーム10の外周側にウイスカの懸濁液11を流入させ、第1図(B)で示す方法と同様にして真空吸引を行なう(F)。これによって円周方向中心部の長手方向に沿って繊維プリフォーム10が配置され、その外周部のウイスカのプリフォーム12が配置された角柱状のプリフォーム13を取り出し乾燥する(G)。このプリフォーム13は割れがなく、第1図(C)で加圧したときのプリフォームと同程度、例えば30%のウイスカ体積率を有する。

このようにして得られた角柱状のプリフォーム13にAl系、Mg系、Ti系の軽合金溶湯を注湯した後、例えば第1図(H)の如く丸棒状に成形し、その後、切削加工、転造加工等の方法によ

ってネジ加工を行ない所定形状のボルトとすることができる。

本実施例のボルトの製造方法において、第1図(A)～第1図(G)で示す各工程によって直接第1図(H)に示す円柱状にプリフォームを成形してもよい。また円柱状または角柱状のウイスカプリフォームを成形し、次いでウイスカプリフォームの中心部に穿孔を設け、この孔部に繊維プリフォームを挿入した後、Al系合金等の溶湯をプリフォームに注湯してもよい。

第1表は本実施例に用いた金属基複合材料の単体素材の各種特性について示したものであるが、

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> 繊維とSiCウイスカはマトリックスのAl合金と同程度の密度であり、かつ引張強さや弾性率は著しく高い強化素材であることがわかる。

第 1 表

素 材 名	密 度 (g/cm <sup>3</sup> )	引 張 強 さ (Kg/cm <sup>2</sup> )	0.2% 耐力 (Kg/cm <sup>2</sup> )	弾 性 率 (Kg/cm <sup>2</sup> )
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> 繊維	3.20	250	—	24930
SiCウイスカ	3.19	2100	—	49050
6061-T6	2.84	31.5	28.0	7500

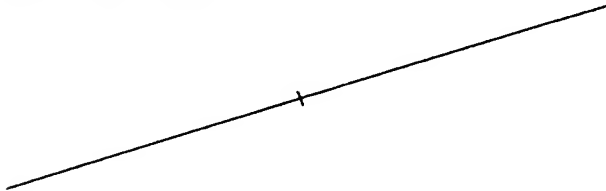
第2図はボルトの円周方向中央部の長手方向に沿って配置させたAl<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系繊維束14の直径を素材材の直径の半分の3.5mmとし、さらにその外周表面部を6061Al合金15として、転造ネジ加工を行なったM8ボルトである。第3図は、外周表面部を30%体積率でSiCウイスカ強化した6061Al合金16としたもので、それ以外は第2図同様にしたM8ボルト(本発明)である。

M8ボルト各温度における引張試験結果を第4図に示す。曲線Aは第2図に示したボルト、曲線Bは第3図に示したボルト、曲線Cは市販されている6061-T6のAl合金ボルトである。本

第 2 表

材 料	密 度 ( $g/cm^3$ )	弾 性 率 ( $kg/mm^2$ )
第2図に示したボルトの素形材	2.92	12000
第3図に示したボルトの素形材(本発明)	2.95	15000
市販6061-T6ボルトの素形材	2.84	7500

発明によるボルトは室温の破断荷重は2.0～2.5ton程度であり、市販のAl合金ボルトの約1.3tonに比べ若しい強度向上が認められる。さらに本発明によるボルトの大きな特徴として、高温強度が大きく向上することであり、Al合金ボルトでは100℃を超えると曲線Cの通り急激な強度低下を示すが、第2図のボルトでは曲線Aの通り150℃停止度まで、さらに第3図のボルトでは曲線7の通り300℃程度まで強度低下がなく非常に良好である。また前述した3種類のボルト成形前の素形材において、室温における密度と弾性率の測定結果を第2表に示すが、本発明のボルトは市販のAl合金ボルトに比べ同等のレベルの密度を有しており、弾性率の向上が大きいことがわかる。



ると急激に低下していることがわかる。

第7図はSiC(ウイスカ)プリフォームの体積率と面圧との関係を示し、第2図に示すプリフォームの成形工程において、SiC(ウイスカ)のプリフォームを再懸濁して再度プリフォームを成形すると、再懸濁時(破線b)では最初に加圧したとき(実線a)に比べて若干の体積率減少はあるものの、略最初の値に近い体積率のプリフォームが成形できることがわかる。

#### (発明の効果)

以上述べたように、本発明に係る耐高温強度棒状体によれば、耐熱性を有する軽金属を主体とし、その軸心部に軸方向に沿って耐熱性長繊維束を配設することにより、引張り、剪断等の荷重が高温下で作用しても、十分な高強度、高弾性を発揮することができる。特に主体部を軽金属マトリックスに比重の小さいウイスカを混入した複合強化材料とした場合には、繊維束による軸心部補強作用により、さらに高比強度と高比弾性を有するものとなる。そして、例えばボルト等に適用した場合

次に素形材の系(D)に対して内周中央部の長手方向に配向した繊維束径(d)とした場合、素形材径(D)中に含まれる繊維束径(d)の割合 $d/D$ として成形したMボルトの破断荷重の関係を第5図に示す。

第5図から明らかなように破断荷重は $d/D$ が約0.8まで直線的に増大していることがわかる。

第6図はAl中のSiC(ウイスカ)体積率と機械的特性との関係を示し、SiC(ウイスカ)の体積率が10～40%の範囲では体積率が向上するにつれて、引張強さおよび0.2%耐力が急激に増大し、一方、伸びは体積率が40%を超え

には、従来のAl合金ボルトが使用不可能な100～300℃近い高温領域でも、各種特性の低下が小さい助他意で十分適用できるようになる。また、複合強化材としての繊維やウイスカは、 $Al_2O_3$ 系、SiC系、C系、B系、Si-Ti-C系等であり、マトリックスのAl同様に半減期が小さいため、放射化が問題とされる分野においても、高力Al合金よりも好ましい材料となる等の効果がある。

また、ウイスカのプリフォーム成形においては、ウイスカの体積率が高いプリフォームが、ひび割れ等の不都合を生じることなく、良好な形態で得られ、上記の棒状体の成形を容易、かつ確実に行うことができる。

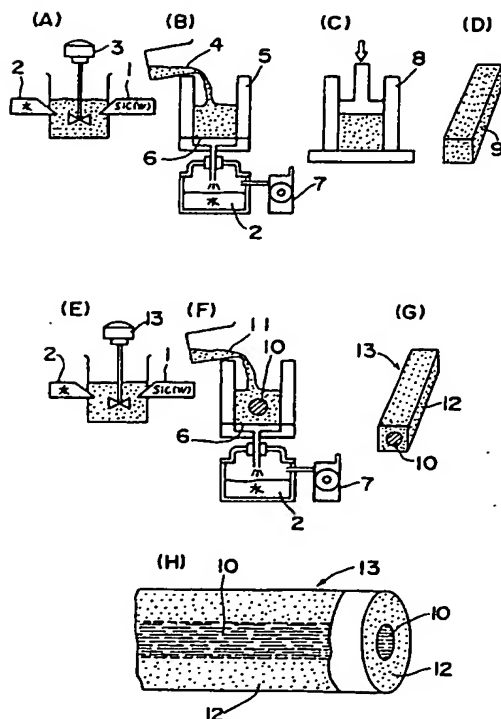
このように本発明に係る棒状体によれば、その耐熱性、高比強度、高比弾性、低放射能化等に基づき、宇宙、航空、自動車、ロボット、原子力、核融合、高エネルギー物理等の分野における部品として、信頼性や健全性を著しく高める等の優れた効果を奏する。

4. 図面の簡単な説明

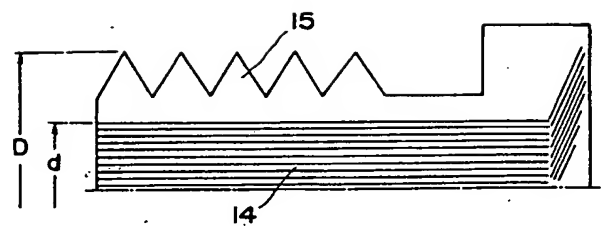
第1図(A)～(G)は本発明に係る耐高温強度棒状体の製造方法の一例を各工程順に示す工程図、第1図(H)は得られた耐高温強度棒状体の素形を示す斜視図、第2図は外周部をAl合金として経造ネジ加工したM8ボルトの断面図、第3図は外周部をSiCウスカ強化材としたM8ボルトの断面図、第4図は各ボルトの破断荷重特性線図、第5図は素形材径と繊維束径との割合を変化させた場合の破断荷重特性線図、第6図はウスカ体積率と引張強さ等との関係を示す特性線図、第7図はウスカプリフォームの体積率と面圧との関係を示す特性線図である。

1…ウスカ(SiC)、2…水(または有機溶剤)、3…攪拌器、4…懸濁液、5…型、6…濾過材、7…吸引器、8…加圧機、9…プリフォーム(ウスカ)、10…プリフォーム(繊維)、11…懸濁液、12…プリフォーム(ウスカ)、13…プリフォーム(ウスカおよび繊維)、14…Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>系繊維束、15…6061Al

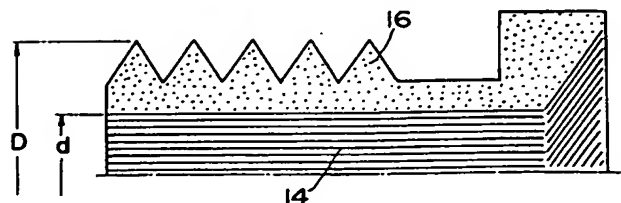
第1図



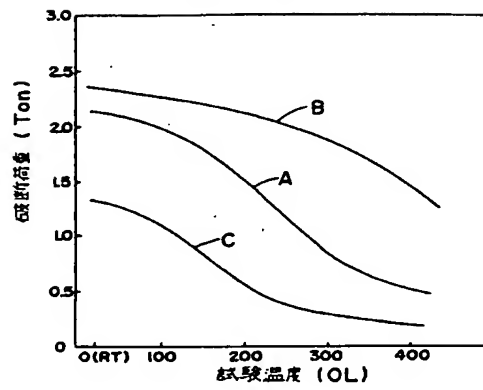
第2図



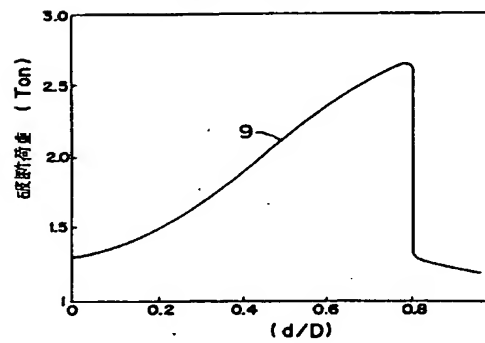
第3図



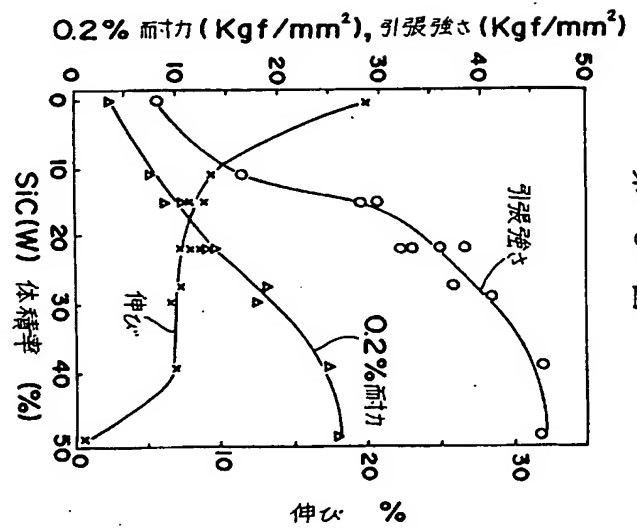
第 4 図



第 5 図



第 6 図



第 7 図

